

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-080942

(43)Date of publication of application : 26.03.1999

(51)Int.Cl.

C23C 14/34

C23C 14/14

(21)Application number : 09-261108

(71)Applicant : JAPAN ENERGY CORP

(22)Date of filing : 10.09.1997

(72)Inventor : KANANO OSAMU  
IRUMADA SHIYUICHI

(54) TA SPUTTERING TARGET, ITS PRODUCTION AND ASSEMBLED BODY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an inexpensive Ta target capable of obtaining Ta film and TaNx film containing few particles and low in dispersion in resistance value.

SOLUTION: This target is the one in which the average grain size is regulated to 0.1 to 300  $\mu\text{m}$ , the dispersion thereof in accordance with places is regulated to  $\leq \pm 20\%$ , the concn. of oxygen is regulated to  $\leq 50$  ppm, as for the concn. of impurities,  $\leq 0.1$  ppm Na,  $\leq 0.1$  ppm K,  $\leq 1$  ppb U,  $\leq 1$  ppm Th,  $\leq 5$  ppm Fe,  $\leq 5$  ppm Cr and  $\leq 5$  ppm Ni are satisfied, and the total of the contents of high m.p. metallic elements (Hf, Nb, Mo, W, Ti and Zr) is regulated to  $\leq 50$  ppm. Preferably, the total of the intensity ratios of three planes of {110}, {200} and {211} is regulated to  $\geq 55\%$ , the dispersion thereof in accordance with places is regulated to  $\leq \pm 20\%$ , the concn. of hydrogen is regulated to  $\leq 20$  ppm, the average roughness (Ra) in the sputtered surface part is regulated to 0.01 to 5  $\mu\text{m}$ , the thickness of an oxide layer in the sputtered surface part is regulated to  $\leq 200$  nm, and the part to be deposited with the sputtered substance in the target is roughened.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-80942

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月26日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 2 3 C 14/34  
14/14

識別記号

F I  
C 2 3 C 14/34 A  
14/14 Z

審査請求 未請求 請求項の数10 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-261108

(22) 出願日 平成9年(1997) 9月10日

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー  
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 叶野 治

茨城県北茨城市華川町白場187番地4株式  
会社ジャパンエナジー磯原工場内

(72) 発明者 入間田 修一

茨城県北茨城市華川町白場187番地4株式  
会社ジャパンエナジー磯原工場内

(74) 代理人 弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54) 【発明の名称】 Taスパッタターゲットとその製造方法及び組立体

(57) 【要約】

【課題】 パーティクルが少なく、抵抗値のばらつきの少ないTa膜及びTaNx膜を得ることができる安価なTaターゲットの開発。

【解決手段】 平均結晶粒径が0.1-300 μmでかつそのばらつきが±20%以下、酸素濃度が50ppm以下、Na≤0.1ppm、K≤0.1ppm、U≤1ppb、Th≤1ppb、Fe≤5ppm、Cr≤5ppm、Ni≤5ppm、高融点金属元素の含有量の合計が50ppm以下であるTaスパッタターゲット。好ましくは、{110}、{200}及び{211}の3つの面の強度比の総和が55%以上で、かつそのばらつきが±20%以下、酸素濃度が20ppm以下、スパッタ表面部分の平均粗さ(Ra)が0.01-5 μm、スパッタ表面部分の酸化物層の厚さが20 nm以下、ターゲットのスパッタされた物質が堆積する部分を粗化面とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (イ) 平均結晶粒径が $0.1 \sim 300 \mu\text{m}$ でかつ平均結晶粒径の場所によるばらつきが $\pm 20\%$ 以下であり、(ロ) 酸素濃度が $50 \text{ ppm}$ 以下であり、そして(ハ) 不純物濃度について、 $\text{Na} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{K} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{U} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Th} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Fe} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Cr} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Ni} \leq 5 \text{ ppm}$ 、そして高融点金属元素( $\text{Hf}$ 、 $\text{Nb}$ 、 $\text{Mo}$ 、 $\text{W}$ 、 $\text{Ti}$ 及び $\text{Zr}$ )の含有量の合計が $50 \text{ ppm}$ 以下であることを特徴とするTaスパッタターゲット。

【請求項2】  $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 及び $\{211\}$ の3つの面の強度比の総和が $55\%$ 以上で、かつ場所による3つの面の強度比の総和のばらつきが $\pm 20\%$ 以下であることを特徴とする、請求項1のTaスパッタターゲット。

【請求項3】 酸素濃度が $20 \text{ ppm}$ 以下であることを特徴とする、請求項1乃至2のTaスパッタターゲット。

【請求項4】 スパッタされる表面部分の平均粗さ( $R_a$ )が $0.01 \sim 5 \mu\text{m}$ であることを特徴とする、請求項1～3のいずれか1項のTaスパッタターゲット。

【請求項5】 スパッタされる表面部分の酸化物層の厚さが $200 \text{ nm}$ 以下であることを特徴とする、請求項1～4のいずれか1項のTaスパッタターゲット。

【請求項6】 ターゲットのスパッタされた物質が堆積して成膜される部分を粗化面としたことを特徴とする、請求項1～5のいずれか1項のTaスパッタターゲット。

【請求項7】 酸素濃度が $50 \text{ ppm}$ 以下であり、そして不純物濃度について、 $\text{Na} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{K} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{U} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Th} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Fe} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Cr} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Ni} \leq 5 \text{ ppm}$ 、そして高融点金属元素( $\text{Hf}$ 、 $\text{Nb}$ 、 $\text{Mo}$ 、 $\text{W}$ 、 $\text{Ti}$ 及び $\text{Zr}$ )の含有量の合計が $50 \text{ ppm}$ 以下であるTaインゴットを調製し、冷間鍛造と冷間圧延のいずれかもしくはその組み合わせで加工し、そして最後にターゲットに機械加工するTaターゲットの製造方法において、前記冷間鍛造と冷間圧延の加工途中に、真空中で昇温速度： $10^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上、及び保持温度： $800 \sim 1200^\circ\text{C}$ の熱処理を行うことにより平均結晶粒径が $0.1 \sim 300 \mu\text{m}$ でかつ平均結晶粒径の場所によるばらつきが $\pm 20\%$ 以下とすることを特徴とする請求項1のTaスパッタターゲットの製造方法。

【請求項8】 請求項1～6のいずれか1項のTaスパッタターゲットと、該ターゲットに結合されたバックングプレートとを具備することを特徴とする、Taスパッタターゲット組立体。

【請求項9】 バックングプレートの、スパッタされた物質が堆積して成膜される部分を粗化面としたことを特徴とする、請求項8のTaスパッタターゲット組立体。

【請求項10】 Taスパッタターゲットとバックングプレートとが金属結合されていることを特徴とする、請求項8乃至9のTaスパッタターゲット組立体。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、Taスパッタターゲットとその製造方法及び組立体に関するものであり、特にL S Iにおける電極及び配線の拡散バリア層としてのTa膜又はTa N膜の形成に用いられるTaスパッタターゲットとその製造方法及び組立体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】これまでL S I用の電極及び配線材料としてAl及びAl合金が使われてきたが、L S Iの集積度が上がるにつれて、より耐エレクトロマイグレーション(EM)性並びに耐ストレスマイグレーション(S M)性に優れたCuの使用が検討されている。ところが、Cuは、層間絶縁膜として用いられるS i O<sub>2</sub>中に容易に拡散するため、Cuを拡散バリア層で取り囲む必要がある。これまでは、Tiターゲットを窒素中で反応性スパッタすることによって形成したTi Nをバリア層としてきたが、近年、Taターゲットを用いて成膜されるTa膜やTaターゲットを用いて窒素中で反応性スパッタすることによって形成する、より熱的に安定でバリア性に優れたTa N膜が注目されている。

【0003】本発明者らは、市販の幾種かのTaターゲットを用いてTa層及びTa N層を形成することを試みたが、成膜したウエハ上のパーティクル数は多く、またTa膜及びTa N膜のシート抵抗値も高く、かつそのばらつきも大きかったことから、Ti Nと較べてバリア性に優れたものの、実用に供するに至らなかった。また、拡散バリア層としてのTa膜及びTa N膜にはどの程度の純度が必要とされるかについてはいまだ不明であり、例えば、特公平6-21346には、フッ化タンタルカリウム結晶の析出とナトリウム還元を採用する湿式精製工程を経て高融点金属元素を $3 \text{ ppm}$ 以下にまで低減する方法が開示されているが、特別な精製工程によるコスト増加は工業的に無視できないものがある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】このように、従来のTaターゲットを用いてTa膜及びTa N膜を成膜すると、パーティクルが多く発生してしまう。また、その膜のシート抵抗も高く、抵抗値のばらつきも大きい。特別な精製工程によるコスト増加は工業的に無視できない。本発明は、これらの問題点を解決することを課題としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】従来のTaターゲットを用いてTa膜及びTa N膜を成膜すると、パーティクルが多く発生する原因について究明した結果、これらター

ゲットは平均結晶粒径が $400 \sim 500 \mu\text{m}$ のものであり、平均粒径の大きいことがパーティクルが多く発生する原因の一つとなっていることが判明した。また、パーティクル防止にはターゲット中の酸化物の粒子の数を減らすことが有効であることも判明した。成膜後のシート抵抗値を下げるためには、できるかぎり酸素量は低いことが好ましく、またシート抵抗のばらつきを小さくするには、結晶粒径のばらつきを抑えることが有効であることも判明した。Ta膜及びTa-N膜中のアルカリ金属、放射性元素及び遷移金属の不純物量は半導体ターゲットに求められる値を満たせばよく、高融点金属元素は、余り多く存在するとTa膜及びTa-N膜のシート抵抗を上昇させてしまうが、拡散バリア用途においては、 $50 \text{ ppm}$ 以下であれば、ある程度存在しても全く問題がなく、 $3 \text{ ppm}$ 未満にまで高純度化する必要性は特にないことも確認された。したがって、工業的に見たとき、コストの面で不利となる特公平6-21346号に示されたような湿式精製工程を経ることなくターゲットを製造することができるが見い出された。

【0006】こうした観点にたつて、本発明は、(1) (イ) 平均結晶粒径が $0.1 \sim 300 \mu\text{m}$ でかつ平均結晶粒径の場所によるばらつきが $\pm 20\%$ 以下であり、(ロ) 酸素濃度が $50 \text{ ppm}$ 以下であり、そして(ハ) 不純物濃度について、 $\text{Na} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{K} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{U} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Th} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Fe} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Cr} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Ni} \leq 5 \text{ ppm}$ 、そして高融点金属元素(Hf、Nb、Mo、W、Ti及びZr)の含有量の合計が $50 \text{ ppm}$ 以下であることを特徴とするTaスパッターターゲットを提供するものである。

【0007】更に、成膜速度と関連して、本発明者らは、ターゲットの配向性を、原子密度の高い{110}、{200}、{211}の3面のスパッタ面における面積率の総和を $55\%$ 以上にすることによって、成膜速度が向上し、その3つの面の面積率の総和のターゲット面内のばらつきを $\pm 20\%$ 以内にすることによって、ウエハ内の膜質均一性が保たれることを見出した。そこで、本発明はまた、(2) {110}、{200}及び{211}の3つの面の強度比の総和が $55\%$ 以上で、かつ場所による3つの面の強度比の総和のばらつきが $\pm 20\%$ 以下であることを特徴とする、上記のTaスパッターターゲットを提供する。

【0008】パーティクルの原因となるスパッタ装置内の部品や側壁に付着したTa-N膜の剥離を防ぐためベースティングと呼ばれるTa膜を成膜するプロセスを行っている。Ta膜中に水素原子が含まれる場合、Ta膜の膜応力が高くなるため、スパッタ装置内の部品や側壁から、Ta/Ta-N膜が剥離し易くなり、ウエハ上のパーティクルの数の増加の原因となる。本発明者らは、ターゲット中の水素濃度を $20 \text{ ppm}$ 以下にすることで、実用上問題のないレベルのパーティクル数まで下げること

とを見い出した。従って、本発明は更に、(3) 水素濃度が $20 \text{ ppm}$ 以下であることを特徴とする、上記のいずれかのTaスパッターターゲットを提供する。

【0009】ターゲット使用の初期段階の、スパッタ面の仕上加工による表面ダメージ層の部分をスパッタしているときのパーティクルの数は多い。本発明者らはTaターゲットにおいて、表面仕上げ後の平均粗さ(Ra)を少なくすることで、表面ダメージ層を減少させることを見出した。本発明は更に、(4) スパッタされる表面部分の平均粗さ(Ra)が $0.01 \sim 5 \mu\text{m}$ であることを特徴とする、上記のいずれかのTaスパッターターゲットを提供する。

【0010】ターゲット表面に酸化物層が形成されると、異常放電が発生してパーティクルの増加の原因となっている。本発明者らは、Taターゲットにおいて、酸化物層の厚さを $200 \text{ nm}$ 以下にすることで、スパッタ初期の異常放電を減少させ、パーティクル数の減少が可能であることを見い出した。そこで、本発明はまた、(5) スパッタされる表面部分の酸化物層の厚さが $200 \text{ nm}$ 以下であることを特徴とする、上記のいずれかのTaスパッターターゲットを提供する。

【0011】ターゲットのエロージョン部以外の部分は、スパッタリングの進行と共にTa層又はTa-N層が堆積してしまう。この膜がある厚さ以上になると剥離してパーティクルの原因となってしまふ。本発明者らは、Taターゲットの、スパッタチャンバー内に曝される非エロージョン部の表面を粗化することで、荒した下地のアンカー効果によって再デポ膜が剥離しにくくなって、パーティクル数が減少することを見い出した。そこで、本発明はまた、(6) ターゲットのスパッタされた物質が堆積して成膜される部分を粗化面としたことを特徴とする上記のいずれかのTaスパッターターゲットを提供する。

【0012】製造方法と関連して、本発明は更に、酸素濃度が $50 \text{ ppm}$ 以下であり、そして不純物濃度について、 $\text{Na} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{K} \leq 0.1 \text{ ppm}$ 、 $\text{U} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Th} \leq 1 \text{ ppb}$ 、 $\text{Fe} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Cr} \leq 5 \text{ ppm}$ 、 $\text{Ni} \leq 5 \text{ ppm}$ 、そして高融点金属元素(Hf、Nb、Mo、W、Ti及びZr)の含有量の合計が $50 \text{ ppm}$ 以下であるTaインゴットを調製し、冷間鍛造と冷間圧延のいずれかもしくはその組み合わせで加工し、そして最後にターゲットに機械加工するTaターゲットの製造方法において、前記冷間鍛造と冷間圧延の加工途中に、真空中で昇温速度： $10^\circ\text{C}/\text{分}$ 以上、及び保持温度： $800 \sim 1200^\circ\text{C}$ の熱処理を行うことにより平均結晶粒径が $0.1 \sim 300 \mu\text{m}$ でかつ平均結晶粒径の場所によるばらつきが $\pm 20\%$ 以下とすることを特徴とする上記(1)のTaスパッターターゲットの製造方法を提供する。

【0013】また別の様相において、本発明は、上記の

いずれかのTaスパッタターゲットと、該ターゲットに結合されたバックングプレートとを具備することを特徴とする、Taスパッタターゲット組立体を提供する。バックングプレートの、スパッタされた物質が堆積して成膜される部分を粗化面とすることが好ましい。成膜速度を上げるために高出力でスパッタする場合、Taスパッタターゲットとバックングプレートとを金属結合するのが良い。

【0014】

【発明の実施の形態】LSI用の電極及び配線材料として、LSIの集積度が上がるにつれて、より耐エレクトロマイグレーション（EM）性並びに耐ストレスマイグレーション（SM）性に優れたCuの使用が検討されている。この場合、Cuを拡散バリア層で取り囲む必要があり、Taターゲットを用いて得られるTa層、又はTaターゲットを用いて窒素中で反応性スパッタすることによって形成する、より熱的に安定でバリア性に優れたTa<sub>N</sub>x（x=0.5～1.3）層が注目されている。ところが、従来からのターゲットを用いた場合、パーティクルが多く発生し、また、その膜のシート抵抗も高く、抵抗値のばらつきも大きい。

【0015】スパッタリング時のパーティクル発生数を減少させるには、ターゲットの結晶粒径を微細にすることと、ターゲット中の酸化物の粒子の数を減らすことが有効である。さらには、成膜後のシート抵抗値を下げるためには、できるかぎり酸素量は低いことが好ましい。また、中心部と外周近傍といった、場所による結晶粒径のばらつきを抑えることは、シート抵抗のばらつきを小さくするのに有効である。平均結晶粒径が0.1～300μmでかつ平均結晶粒径の場所によるばらつきが±20%以下であることが必要である。また、酸素濃度は50ppm以下とされる。本発明においては、Ta膜の比抵抗は270μΩcm以下そしてウェハ内の比抵抗のばらつき（σ）は、3σとして表示して、3σ≤4.5%を実現することができる。結晶粒径を微細にするには、冷間鍛造または冷間圧延後の熱処理温度、時間を最適化することにより実現できる。つまり、冷間鍛造または冷間圧延時の加工率を大きくし、それにつづく熱処理は再結晶化を始める温度以上のできるだけ低い温度まで急速に加熱し、必要以上の大きさまで結晶粒径が粗大化する前に冷却することによって実現できる。また、冷間鍛造と冷間圧延を比較した場合、圧延法のほうが、均一な加工量を導入することが容易なため、結晶粒径のばらつきを抑えるには冷間圧延法が望ましい。冷間鍛造と冷間圧延の加工途中に、真空中で昇温速度：10℃/分以上、及び保持温度：800～1200℃の熱処理を行うことが推奨される。また、パーティクルの発生を減少させるためには、酸素量は多くとも、熱処理温度におけるTa中の酸素の固溶限界以下でなければならない。さらに、上述したように、成膜後のシート抵抗値を下げるた

めには、できるかぎり酸素量は低いことが好ましい。Ta膜及びTa<sub>N</sub>膜中のアルカリ金属、放射性元素及び遷移金属の不純物量は半導体ターゲットに求められる値を満たせば十分である。Taの場合、インゴット作製以降の工程では、酸素、不純物成分を減らすことは困難なため、予め酸素量が50ppm以下、不純物量が半導体ターゲットに求められる値、すなわちNa≤0.1ppm、K≤0.1ppm、U≤1ppb、Th≤1ppb、Fe≤5ppm、Cr≤5ppm、Ni≤5ppmを満たすインゴットを用いる必要がある。市販されている高純度Ta粉末を電子ビーム溶解工程を採用して溶解することによりこれら不純物を除去することができる。なお、高融点金属元素は、余り多く存在するとTa膜及びTa<sub>N</sub>膜のシート抵抗を上昇させてしまうため合計50ppmを上限值とするが、用途を拡散バリアと考えた場合、それ以下であれば、ある程度存在しても全く問題ないため、3ppm未満にまで高純度化する必要性は特にない。3ppm未満にまで高純度化することにより、キャパシタ材として電荷を蓄積する用途ではリーク電流低減に効果が認められるものの、拡散バリア用途では特にその必要性はないのである。したがって、工業的に見たとき、コストの面で不利となる特公平6-21346号に示されたような湿式精製工程を経ることなく市販の高純度Ta粉末を使用して、電子ビーム溶解によるだけで本発明目的の純度のTaターゲットを製造することができる。このような不純物濃度のインゴットを用いて、加工（冷間鍛造、冷間圧延）及び、熱処理を加えて結晶粒径150μm、酸素濃度20ppmのターゲットを作製し、Ta膜及びTa<sub>N</sub>膜を成膜したところ、平均粒径が500μmのターゲットを用いたときと比べ、パーティクル数は劇的に減少した。

【0016】電子ビーム溶解法などによる結晶粒径が1mm以上の原料インゴットを用いた場合、単軸方向に冷間鍛造・冷間圧延をしたときは、熱処理しても原料インゴットにあった粗大粒が残ってしまう。このターゲットを用いてスパッタ成膜を進めたときに、粗大粒間の結晶粒界に「ノジュール」と呼ばれる突起物状の付着物が形成し、このノジュールがパーティクルの発生源となってウェハ上のパーティクルが増加する。この粗大粒を無くすには、締め鍛造とすえ込み鍛造とを組み合わせるなどして、2軸以上の方向から加工し塑性変形させる必要がある。厚さ方向に加工するには、均等な加工量が導入できる圧延法が優れているが、加工できる厚さに制限があり、インゴットの厚さが幅よりも大きい場合、目的とする方向に加工するのは難しい。このような場合、鍛造法が用いられる。従って通常は、はじめに冷間鍛造でインゴットの高さを出し、続いて圧延できる厚さまで冷間鍛造した後、冷間圧延で目的とする厚さまで加工する。もちろん、冷間圧延できる高さ、厚さの範囲内であれば、冷間圧延のみで加工してもよく、加工量が一定になるよ

うに注意して行うならば、冷間鍛造のみで加工を行ってもよい。

【0017】ところで、2軸以上の方向から微細粒を得るために必要な加工量を加えると、インゴットに割れが生じてしまう。このインゴット割れを防ぐためには、冷間加工の途中で熱処理を行って、インゴット内の歪を取り除けばよい。そしてその後、1軸方向に冷間加工、望ましくは冷間圧延を行って、微細粒を得るために必要な加工量を加え、上で述べたように最適条件での熱処理を行って目的とする微細な結晶粒のターゲットを得ることができる。Taは、ここで行うような熱処理温度で酸素に触れると、急速に酸素が内部に拡散しターゲット中の酸素濃度が上昇しパーティクルの増加の原因となってしまうため、ここで行う熱処理は真空中のように酸素と触れることを極力避けた方法で行わなければならない。

【0018】ターゲットの結晶方位によって、スパッタ効率が変わることから、スパッタ面の結晶方位を揃えることも重要である。ターゲット面内の結晶方位の分布を揃えることによって、成膜したウエハ内の膜圧均一性が保たれる。ターゲットの配向性を、原子密度の高い{110}、{200}、{211}の3面のスパッタ面における面積率の総和を55%以上にすることによって、配向性がランダムなものと比べて成膜速度が向上し、またその3つの面の面積率の総和のターゲット面内のばらつきを±20%以内にすることによって、ウエハ内の膜質均一性が保たれる。

【0019】新しいターゲットの使いはじめに行うバーンイン時や、一定枚数のウエハにTa-Nを成膜した後、パーティクルの原因となるスパッタ装置内の部品や側壁に付着したTa-N膜の剥離を防ぐためベースティング(N; 反応性スパッタリングの合間にArでノーマルスパッタリングする方法である。一般に窒化膜は、剥離し易いのに対し金属膜は粘いので、Ta-N膜上にTa膜を付けることによって剥離によるパーティクルを防止することが可能とし、金属膜でのり付けするイメージなのでベースティング(pasting)と云い、メンテナンスの一種である)と呼ばれるTa膜を成膜するプロセスを行っている。Ta膜中に水素原子が含まれる場合、Ta膜の膜応力が高くなるため、スパッタ装置内の部品や側壁から、Ta/Ta-N膜が剥離し易くなり、ウエハ上のパーティクルの数の増加の原因となる。ターゲット中の水素濃度を20ppm以下にすることで、実用上問題のないレベルのパーティクル数まで下げることができる。

【0020】ターゲット使用の初期段階の、スパッタ面の仕上加工による表面ダメージ層の部分をスパッタしているときのパーティクルの数は多い。このため、バーンインと呼ばれる表面ダメージ層を取り除くためにスパッタするプロセスがある。この表面ダメージ層が厚いと、バーンインを長くする必要が生じてしまう。LSI製造

プロセスの効率を向上させるためには、表面ダメージ層を少なくして初期のパーティクルを抑える必要がある。Taターゲットにおいて、機械研磨仕上げすることにより、表面仕上げ後の平均粗さ(Ra)を少なくすることで、表面ダメージ層を減少させることができ、平均粗さ(Ra)が、0.01~5μmとすることで、実用上問題のない範囲での表面ダメージ層の厚さになる。Raを0.01μm以下にしても、加工コストが上昇することに加えて、表面ダメージ層の厚さが少なくなるものの、パーティクル数には自然酸化膜の影響が支配的になることから、効果はない。

【0021】ターゲット使用の初期段階において、ターゲット表面に酸化物層が形成されていると、異常放電が発生してパーティクルの増加の原因となる。Taターゲットにおいて、機械研磨仕上げしたものを、さらに化学研磨することにより酸化物層の厚さが200nm以下、好ましくは20nm以下にすることで、スパッタ初期の異常放電を減少させ、パーティクル数を減少させることができる。

【0022】スパッタ中は、ターゲットのエロージョン部以外の部分は、Ta層又はTa-N層が堆積してしまう(この膜を再デポ膜と呼ぶ)。この膜がある厚さ以上になると剥離してパーティクルの原因となってしまう。Taターゲットを用いてのスパッタの際に、バックングプレートを含むTaターゲット(ターゲット組立体)の、スパッタチャンバー内に曝される非エロージョン部の表面をサンドブラスト、エッチング等によって、粗化する(荒す)ことで、粗化した下地のアンカー効果によって再デポ膜が剥離しにくくなって、パーティクル数が減少する。

【0023】成膜速度を上げるために高出力でスパッタする場合、ターゲット組立体を構成するターゲットとバックングプレート間のロウ材の融点を超えたり、ターゲット表面の温度が上昇し、Taの回復温度や再結晶温度を超えて、ターゲット組織を変化させることがある。Taターゲットについて、ターゲットとバックングプレートを拡散接合法等の金属結合をさせることで高温に耐えるようにすることができる。また、バックングプレートに十分な強度を持ち、熱伝導の良い、Al合金や、Cu及びCu合金を用いることでターゲット組織の変化を抑えることができる。

【0024】

【実施例】

(実施例1) TaのEBインゴット(形状:φ130mm×60mmh)をφ100mm×100mmhまで冷間で締め鍛造した後、φ160mm×40mmhまで冷間ですえ込み鍛造した。これを、昇温速度15℃/分で昇温し、1200℃×2時間の真空熱処理をし、さらに厚さ10mmまで冷間圧延した。次に再度、昇温速度15℃/分で昇温し、1000℃、2時間、真空中で熱処

理した後、ターゲット形状に機械加工した。このターゲットの中心部の平均結晶粒径は $150\mu\text{m}$ であり、中心から $12\text{cm}$ 程離れた外周近傍の平均粒径は $130\mu\text{m}$ であった。また、不純物の分析値は、 $\text{O}:20\text{ppm}$ 、 $\text{H}:30\text{ppm}$ 、 $\text{Na}<0.01\text{ppm}$ 、 $\text{K}<0.01\text{ppm}$ 、 $\text{U}<0.01\text{ppb}$ 、 $\text{Th}<0.01\text{ppb}$ 、 $\text{Fe}:0.01\text{ppm}$ 、 $\text{Cr}<0.1\text{ppm}$ 、 $\text{Ni}<0.1\text{ppm}$ であり、高融点元素は、 $\text{Hf}:1\text{ppm}$ 、 $\text{Nb}:10\text{ppm}$ 、 $\text{Mo}:1\text{ppm}$ 、 $\text{W}:3\text{ppm}$ 、 $\text{Ti}<0.1\text{ppm}$ 、 $\text{Zr}:3\text{ppm}$ で、計 $18\text{ppm}$ であった。また、 $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ の3つの面の強度比の総和は $61\%$ であった。このターゲットを用いてスパッタを行い、6インチ径のウエハ上のパーティクルの数を測定したところ、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数はスパッタリング初期は52個、 $300\text{kWh}$ まででは30個であった。また、 $\text{Ta}$ 膜の比抵抗は $270\mu\Omega\text{cm}$ で、ウエハ内のばらつきは、 $3\sigma=4.5\%$ であり、バリア特性も良好であった。

【0025】(実施例2) 水素濃度が $15\text{ppm}$ の $\text{Ta}$ のEBインゴットを用いて、実施例1と同じプロセスでターゲットを作製した。不純物の分析値は、 $\text{O}:25\text{ppm}$ 、 $\text{Na}<0.01\text{ppm}$ 、 $\text{K}<0.01\text{ppm}$ 、 $\text{U}<0.01\text{ppb}$ 、 $\text{Th}<0.01\text{ppb}$ 、 $\text{Fe}:0.01\text{ppm}$ 、 $\text{Cr}<0.1\text{ppm}$ 、 $\text{Ni}<0.1\text{ppm}$ 、 $\text{Hf}:2\text{ppm}$ 、 $\text{Nb}:9\text{ppm}$ 、 $\text{Mo}:1\text{ppm}$ 、 $\text{W}:4\text{ppm}$ 、 $\text{Ti}<0.1\text{ppm}$ 、 $\text{Zr}:1\text{ppm}$ であった。このターゲットの中心部の平均結晶粒径は $150\mu\text{m}$ であり、中心から $12\text{cm}$ 程離れた外周近傍の平均粒径は $135\mu\text{m}$ であった。また $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ の3つの面の強度比の総和は $60\%$ であった。途中、数回の $\text{Ta}$ ベースティングを行って、 $300\text{kWh}$ までスパッタしたところで、6インチ径のウエハ上のパーティクルの数を測定したところ、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数は20個だった(なお、実施例1のターゲット( $\text{H}:30\text{ppm}$ )で、 $300\text{kWh}$ までスパッタしたところでのパーティクル数は、30個)。バリア特性は良好であった。

【0026】(実施例3) 実施例2と同様に機械加工まで終えたターゲットのスパッタ面(このとき、 $R_a=15\mu\text{m}$ )を、機械研磨仕上げをして、 $R_a=0.3\mu\text{m}$ とした。このターゲットを用いてスパッタを行い、スパッタ初期において6インチ径のウエハ上のパーティクルの数を測定したところ、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数は30個(なお、実施例2のターゲットのスパッタ初期のパーティクル数は52個)であり、 $300\text{kWh}$ まででは16個であった。

【0027】(実施例4) 実施例3のターゲットと同様に機械研磨仕上げしたものを、さらに化学研磨をして、表面酸化物層を除去した。このターゲット表面の $R_a$

は、 $0.03\mu\text{m}$ であった。オージェ電子分析装置で深さ分析を行って、酸化物層の厚さを測定したところ、実施例3のターゲットで $100\text{nm}$ (実施例6: $250\text{nm}$ )であったのに対し、このターゲットは $15\text{nm}$ であった。このターゲットを用いてスパッタを行い、スパッタ初期において6インチ径のウエハ上のパーティクルの数を測定したところ、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数は26個であり、 $300\text{kWh}$ まででは13個であった。

【0028】(実施例5) 実施例2のターゲットで、ターゲット側面などの逆に成膜される部分を、サンドブラストによって、表面を荒したものについてスパッタを行い、6インチ径のウエハ上のパーティクルの数を測定したところ、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数は初期52個、 $300\text{kWh}$ までで14個であった。

【0029】(実施例6) 実施例2のターゲットで、 $\text{Al}$ 合金( $\text{A5052}$ )製のバックングプレートに拡散接合法でボンディングした(接合温度: $300\sim650^\circ\text{C}$ )。このターゲットについて、 $10\text{W}/\text{cm}^2$ のスパッタパワー密度で、30秒間スパッタ、90秒間停止というサイクルを30回繰り返した後で、ターゲットの結晶粒径を測定したところ $150\mu\text{m}$ と変わらなかった。パーティクル数は初期38個、 $300\text{kWh}$ までで18個であった。

【0030】(比較例1) 実施例2のターゲットと同一ロットのインゴットを $\phi 130\text{mm}\times 60\text{mmh}$ に切りだし、冷間締め鍛造を行わず、直接 $\phi 160\text{mm}\times 40\text{mm}$ まで冷間ですえ込み鍛造を行った。これを、 $1200^\circ\text{C}$ 、2時間、真空中で熱処理し、この円板を厚さ $10\text{mm}$ まで冷間ですえ込み鍛造し、 $1200^\circ\text{C}$ 、2時間、真空中で熱処理し、ターゲット形状に機械加工した。このターゲットの組織は、 $10\sim 20\text{mm}$ 程度の粗大結晶のなかに、細かな結晶をもつ組織であった。中心部の平均粒径は $500\mu\text{m}$ 、中心から $12\text{cm}$ 程離れた外周近傍の平均粒径は $300\mu\text{m}$ であった。また $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ の3つの面の強度比の総和が $59\%$ であった。このターゲットを用いてスパッタを行い、6インチ径のウエハ上のパーティクルの数を測定したところ、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数は初期80個、 $300\text{kWh}$ までで50個だった。また、 $\text{Ta}$ 膜の比抵抗は $260\mu\Omega\text{cm}$ ウエハ内の比抵抗のばらつきは、 $3\sigma=8.5\%$ であった。

【0031】(比較例2)  $\text{Ta}$ インゴット( $\text{O}:80\text{ppm}$ 、 $\text{Na}<0.01\text{ppm}$ 、 $\text{K}<0.01\text{ppm}$ 、 $\text{U}<0.01\text{ppb}$ 、 $\text{Th}<0.01\text{ppb}$ 、 $\text{Fe}:0.01\text{ppm}$ 、 $\text{Cr}<0.1\text{ppm}$ 、 $\text{Ni}<0.1\text{ppm}$ 、 $\text{Hf}:1\text{ppm}$ 、 $\text{Nb}:15\text{ppm}$ 、 $\text{Mo}:3\text{ppm}$ 、 $\text{W}:3\text{ppm}$ 、 $\text{Ti}:1.5\text{ppm}$ 、 $\text{Zr}:5\text{ppm}$ で、高融点金属元素計 $27\text{ppm}$ )を $\phi 130\text{mm}\times 60\text{mmh}$ に切りだし、実施例1と同じ方



11

法でターゲットを作製した。中心部の平均粒径は $15\mu\text{m}$ 、中心から $12\text{cm}$ 程離れた外周近傍の平均粒径は $130\mu\text{m}$ であった。また、 $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ の3つの面の強度比の総和は $58\%$ であった。このターゲットを用いてスパッタを行ってスパッタしたところ、6インチ径のウエハ上のパーティクルの数は、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数は初期78個、 $300\text{kWh}$ まで50個だった。また、Ta膜の比抵抗は $350\mu\Omega\text{cm}$ ウエハ内の比抵抗のばらつきは、 $3\sigma=4.8\%$ であった。

【0032】(比較例3) 実施例2のターゲットと同一ロットのインゴットを $\phi 130\text{mm}\times 60\text{mmh}$ に切りだし、 $\phi 100\text{mm}\times 100\text{mmh}$ まで冷間で締め鍛造した後、 $\phi 160\text{mm}\times 40\text{mm t}$ まで冷間ですえ込み鍛造した。これを厚さ $30\text{mm}$ まで冷間圧延したところで、側面から割れが生じたためこれ以上の加工はできなかった。

【0033】(比較例4) 実施例2のターゲットと同一ロットのインゴットを $\phi 130\text{mm}\times 60\text{mmh}$ に切り

12

だし、 $\phi 112\text{mm}\times 80\text{mmh}$ まで冷間で締め鍛造した後、 $\phi 160\text{mm}\times 40\text{mm t}$ まで冷間ですえ込み鍛造した。これを厚さ $20\text{mm}$ まで冷間圧延したところで圧延を止め、昇温速度 $15^\circ\text{C}/\text{分}$ 、 $1000^\circ\text{C}$ 、2時間、真空中で熱処理した後、ターゲット形状に機械加工した。中心部の平均粒径は $100\mu\text{m}$ 、中心から $12\text{cm}$ 程離れた外周近傍の平均粒径は $500\mu\text{m}$ であった。

$\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ の3つの面の強度比の総和は $50\%$ であった。このターゲットを用いてスパッタを行い、6インチ径のウエハ上のパーティクルの数を測定したところ、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクル数は初期55個、 $300\text{kWh}$ までで42個だった。また、Ta膜の比抵抗は $260\mu\Omega\text{cm}$ ウエハ内の比抵抗のばらつきは、 $3\sigma=8\%$ であった。

【0034】実施例及び比較例のデータをまとめて表1に示す。

【0035】

【表1】

10

表1 Taターゲット 実施例、比較例

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
熱処理温度(1回目)(°C)	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	-	1250
熱処理温度(2回目)(°C)	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1250	1000	-	-
粒径(μm)	150-130	150-135	150-135	150-135	150-135	150-135	300-500	150-150	-	100-500
粒径ばらつき(%)	13	10	10	10	10	10	>100	13	-	>100
O(ppm)	20	25	25	25	25	25	25	80	25	25
N(ppm)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
K(ppm)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
U(ppb)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Tb(ppb)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Fe(ppm)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Cr(ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Ni(ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Hf(ppm)	1	2	2	2	2	2	2	1	2	2
Nb(ppm)	10	9	9	9	9	9	9	15	9	9
Mo(ppm)	1	1	1	1	1	1	1	3	1	1
W(ppm)	3	4	4	4	4	4	4	3	4	4
Ti(ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	1.5	<0.1	<0.1
Zr(ppm)	3	1	1	1	1	1	1	5	1	1
H(ppm)	30	15	15	15	15	15	15	15	15	15
結晶方位精度比(%)	61	60	60	60	60	60	59	56	-	50
Ra(μm)	2.6	2.5	0.3	0.03	2.6	2.6	2.6	2.5	-	2.6
酸化物層厚さ(nm)	100	100	100	15	100	250	100	100	-	100
非エロージョン面粗化	なし	なし	なし	なし	あり	なし	なし	なし	-	なし
基板接合	なし	なし	なし	なし	なし	あり	なし	なし	-	なし
パーティクル数(初期)	52	52	30	26	52	38	80	76	-	55
パーティクル数(300kWhまで)	30	20	16	13	14	16	50	50	-	42
膜の比抵抗(μΩ・cm)	270	260	260	260	260	260	280	350	-	260
比抵抗ばらつき(%)	4.5	4.3	4.3	4.3	4.3	4.3	8.5	4.8	-	8
バリア特性	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	-	良好
備考									加工中に割れ発生	

【0036】

【発明の効果】本発明のTaスパッタターゲットの使用により、パーティクルが少なく、抵抗値のばらつきの少ないTa膜及びTa<sub>x</sub>N<sub>x</sub>(x=0.5~1.3)膜を得

ることができる。工業的に見たとき、コストの面で不利となる特別な湿式精製工程を経ることなくターゲットを製造することができる。